

PRODUCTION APPARATUS FOR SILICON SINGLE CRYSTAL

Patent Number: JP5238874
Publication date: 1993-09-17
Inventor(s): SAKURADA MASAHIRO; others: 01
Applicant(s):: SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD
Requested Patent: ☐ JP5238874
Application Number: JP19920078202 19920228
Priority Number(s):
IPC Classification: C30B15/14 ; C30B15/00 ; C30B29/06
EC Classification:
Equivalents: JP2800867B2

Abstract

PURPOSE: To prevent developing the laminate defects and/or fine defects in silicon single crystal in producing such single crystal through Czochralski process by providing graphite cylinder to coaxially enclose a single crystal rod to be pulled and by coating the inner wall of the cylinder with a quartz material.

CONSTITUTION: The edge of an opening 12 at the center of the ceiling of a pull chamber 4 is equipped with a graphite cylinder 20 with one end connected to the edge airtightly and the other end approaching a melt 18 vertically, and the inner wall of the cylinder 20 is coated with a coating member 26 consisting of a transparent or opaque quartz material. Thence, a quartz crucible 8 is loaded with polycrystalline silicon as stock followed by heating with a graphite heater H to produce the melt 18. A pull shaft 16 is then made to descend and a seed crystal 5 at its lower end is immersed in the melt 18, and a single crystal rod G is pulled and grown. Thereby, the cooling rate of the single crystal itself can be reduced because the inside of the cylinder 20 has been coated with the quartz material, thus effectively preventing development of the laminate defects and/or fine defects in the single crystal.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

Ref. #16
99-3590 (2702)
Hariprasad Sreedharamurthy
09/757,121

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平5-238874

(43) 公開日 平成5年(1993)9月17日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 3 0 B	15/14	9151-4G		
	15/00	Z 9151-4G		
	29/06	5 0 2 C 7821-4G		

審査請求 未請求 請求項の数4(全5頁)

(21) 出願番号 特願平4-78202

(22) 出願日 平成4年(1992)2月28日

(71) 出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72) 発明者 桜田 昌弘

福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平
150番地 信越半導体株式会社白河工場内

(72) 発明者 児玉 義博

福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平
150番地 信越半導体株式会社白河工場内

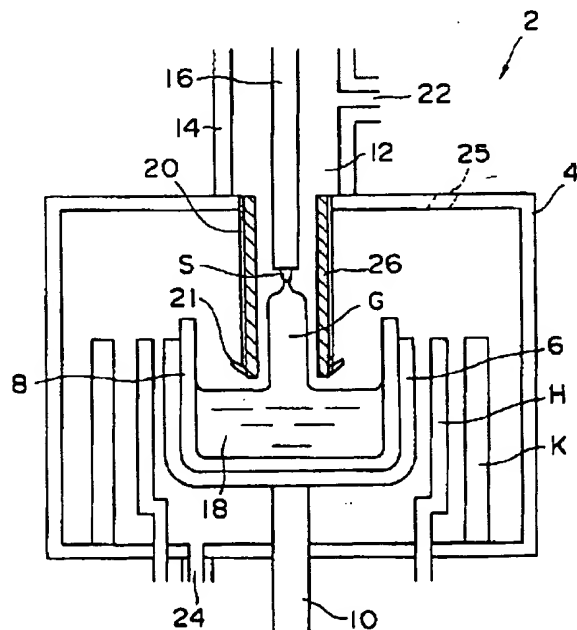
(74) 代理人 弁理士 石原 詔二

(54) 【発明の名称】 シリコン単結晶の製造装置

(57) 【要約】

【目的】 シリコン単結晶の製造装置において、シリコン単結晶内部の積層欠陥及び／又は微小欠陥を抑止する。

【構成】 チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を製造する装置において、引上単結晶棒を同軸的に圍繞する黒鉛製の円筒を設け、該円筒の内壁を透明又は不透明の石英材料からなる被覆部材で被覆する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 チョクラスキー法によってシリコン単結晶を製造する装置において、引上単結晶棒を同軸的に圍繞する黒鉛製の円筒を設け、該円筒の内壁を透明又は不透明の石英材料からなる被覆部材で被覆するようにしたことを特徴とするシリコン単結晶の製造装置。

【請求項2】 上記被覆部材が円筒状であることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶の製造装置。

【請求項3】 上記被覆部材が多数の長板状であることを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶の製造装置。

【請求項4】 上記円筒の上部部分を円筒状被覆部材で被覆し、下部部分を長板状被覆部材で被覆するようにしたことを特徴とする請求項1記載のシリコン単結晶の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、チョコラルスキー法によってシリコン単結晶を製造するに際し、積層欠陥や微小欠陥の発生を抑止し、高純度のシリコン単結晶棒を製造する装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 チョクラスキー法でシリコン単結晶棒を製造する場合を説明すると、引上室（金属製チャンバー）のほぼ中央に黒鉛サセプタに保持された石英るつぼを設け、黒鉛サセプタの底部中央を回転・上下自在の支持軸で下方より支持する。石英るつぼの中に原料の多結晶シリコンを装填し、該多結晶シリコンを保温体で圍繞された黒鉛ヒータにより加熱、熔融して溶融体とする。引上室の天井中央には開口部を有し、これに接続したサブチャンパーの中を通過して先端に種結晶を保持した回転・上下自在の引上軸を降下し、溶融体に浸漬した後引上軸及び石英るつぼを回転しながら種結晶を引き上げると、その下に単結晶棒を成長させることができる。この間、アルゴンガス等の保護ガスをサブチャンパーの上部より導入し、引上室の下部にある排出口より排出する。

【0003】 導入する保護ガスはきわめて高純度であるが、引上室内において石英るつぼとシリコン溶融体とが反応して生成したSiO蒸気を含む。このSiO蒸気の大部分は排出口より引上室外に排出されるが、一部は石英るつぼの上端縁や引上室内壁にそれぞれアモルファス凝集体となって付着する。これが引き上げる単結晶棒と溶融体表面の周辺とに発生する乱流によって導かれ、単結晶棒と溶融体との界面近くに落下して単結晶棒の有転位化や多結晶化の原因となっていた。

【0004】 また、黒鉛サセプタ、黒鉛ヒータ、保温体（黒鉛フェルト）等の素材に含まれ、空焼きによっても除去し得なかった吸蔵酸素や水分が高温に加熱されたこれらの炭素質材と反応してCOやCO₂ガスを生成し、引上室の排気置換が不十分なために引上室内に滞留して

いる不純物ガスと共に、前記乱流に導かれて溶融体表面に還流接触し、単結晶シリコン棒中の炭素等の不純物濃度を高め、この単結晶棒より作ったウェーハの集積回路素子の特性を劣化させる原因となっていた。

【0005】 そして、シリコン単結晶基板上に集積回路素子を高密度で形成する場合は、熱酸化処理工程によって基板表面に酸化誘起積層欠陥（Oxidation Induced Stacking Fault：以下OSFという）、スワール欠陥（Swirl Defect）その他の微小欠陥が形成され易く、電子回路素子の特性を劣化させ、製品収率を著しく低下させるが、従来のチョコラルスキー法の装置においては、これらの諸欠陥の発生を抑制することは困難であった。

【0006】 このような問題点を解決するため、熱酸化後シリコン表面にOSF等の微小欠陥が発生するのを防止するため種々研究が行われている。

【0007】 また、シリコン基板中の酸素が原因となるいわゆる微小欠陥に注目し、高温におけるアウトデヒュージョンにより、熱酸化の際にシリコン基板表面に酸素欠乏層を意図的に作る集積回路素子製造技術が開発された。

【0008】 このような熱酸化による積層欠陥発生原因を追求した結果、ウェーハに含まれる酸素のアウトデヒュージョンを主体とする熱処理技術の改良によって、熱酸化時の積層欠陥発生を大幅に減少させることができるようになったが、近年、集積回路素子が一層高密度化するにつれ、この積層欠陥密度をさらに低下させ、実質的に零とすることが要望されるようになった。

【0009】 このような要請に鑑み、本願出願人は、単結晶棒の引上げ条件を検討した結果、特に多結晶の溶融体が単結晶化し、さらに冷却される各過程の温度ならびに冷却速度を調整することがOSFやスワール欠陥の減少に有効であることに着目し、引上げ中の単結晶棒を圍繞する黒鉛円筒の他に、該円筒の下端に外上方に折り返して拡開されたカラーを設け、その高さ、拡開角度を適宜調整することにより、溶融体及び黒鉛ヒータから単結晶棒が受ける輻射熱を効果的に遮断し、単結晶棒引上げ中の熱履歴を広範囲に調節制御することができる技術を既に提案した（特開昭64-65086号公報）。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 本願出願人は、上記以外の有効な技術の発明のために単結晶棒の引上げ条件を引続き検討したところ、近年の集積回路素子の高密度化のための基板の積層欠陥密度を低下するための実施可能な技術を見出し、本発明を完成したものである。本発明は、引上げ単結晶棒を同軸に圍繞した円筒の内壁を石英材料で被覆するし、その中で育成中のシリコン単結晶を通過させることにより、単結晶内部の積層欠陥及び／又は微小欠陥を抑止することができるようにしたシリコン単結晶の製造装置を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】上記した課題を解決するために、本発明のシリコン単結晶の製造装置においては、引上単結晶棒を同軸的に圍繞する黒鉛製の円筒を設け、該円筒の内壁を透明又は不透明の石英材料からなる被覆部材で被覆するようにしたものである。

【0012】上記被覆部材は円筒状でも多数の長板状でもよい。また、円筒の下部には観察用の窓が設けられているため、この窓部分を遮蔽しないために、上記円筒の上部部分を円筒状被覆部材で被覆し、下部部分の窓部分を除いて長板状被覆部材で被覆するように構成してもよい。

【0013】上記被覆部材が透明の石英材料の場合には窓部分を被覆しても単結晶の引上げ状態を観察できる利点があり、不透明石英材料の場合には断熱性と反射性において透明石英材料よりも優れているという利点がある。

【0014】

【作用】本発明装置を用いて引上作業を行うには、従来と同様に石英ルツボに原料の多結晶シリコンを装填し、引上室を排気し、保護ガスを導入口より導入し、排出口より排出して引上室内を保護ガス雰囲気置換する。ついで、黒鉛ヒータに所定電流を流して原料を加熱し溶融体とした後、引上軸を下降しその下端に保持した種結晶を一旦溶融体に浸漬し、その支持軸、引上軸を回転しながら、種結晶を引き上げると、その下端に単結晶棒が成長する。この単結晶の成長過程において、本発明では、円筒の内壁を断熱反射体、例えば石英材料で被覆しているから、単結晶自体の冷却速度を遅くし、単結晶内部の積層欠陥(OSF)及び／又は微小欠陥を効果的に抑止することができるものである。

【0015】

【実施例】以下に、本発明装置の一実施例を添付図面に基づいて説明する。図中、2は本発明に係わるシリコン単結晶の製造装置で、引上室4内の中央に黒鉛サセプター6に保持された石英ルツボ8が設けられている。該黒鉛サセプター6は底部中央を回転、上下自在の支持軸10によって下方より支持される。引上室4は天井中央に開口部12を有し、サブチャンパー14内に回転、上下動自在の引上軸16を備えている。前記開口部12の縁には、一端を気密に結合し他端を溶融体18に向かって垂下する円筒20が設けられている。該円筒20の下端には折り返して外上方に向かって拡開するカラー21が形成されている。このカラー21は本発明装置においては必須ではなく、取り付けなくともよい。

【0016】該サブチャンパー14の上方には保護ガス導入口22が設けられており、引上室4の底部には排出口24が開口している。なお、25は引上室4の上部に設けられた観察用窓、Hは黒鉛ヒータ、Kは保温体である。

【0017】しかして、26は、該円筒20の内壁を被

覆する石英材料からなる被覆部材である。石英材料としては、不透明石英板又は透明石英板を用いることができる。本発明の効果を達成するためには、断熱性及び反射性能の点からいって、不透明石英板が透明石英板よりも好ましいが、観察用覗き窓を遮蔽すると結晶成長状態の観察が不能となるため、観察用覗き窓部分は透明石英板を用いるか被覆しないようにすることが必要である。

【0018】また、観察用覗き窓を開放したままとしておく場合には、単結晶中の酸素濃度が高まり、高酸素品(酸素濃度18ppm以上)が製造され、一方、観察用覗き窓部分に透明石英板を取りつけた場合には、単結晶中の酸素濃度が低下し、低酸素品(酸素濃度18ppm以下)が製造される。従って、これらの製造条件にあわせて、観察用覗き窓の開放又は透明石英板による被覆を行うかをきめればよい。

【0019】該被覆部材26を円筒20の内壁に取りつける手段としては、特別の限定はなく、本発明の効果を達成できるように円筒20の内壁に取りつけければよい。

【0020】例えば、図2に示したごとく、該円筒20の内部に円筒状棒体28を上下動自在に設置し、該棒体28の収納部30に複数の長尺板状の石英部材26aを円筒20に設けられている観察用覗き窓32及び円筒状棒体28に設けられた石英板挿入口34を介して順次挿入して、図3に示したごとく、円筒20の内壁を被覆する。

【0021】また、複数の長尺状の石英部材26aを円筒状棒体28に挿着する代わりに、図4及び図5に示すごとく、円筒状の石英部材26bを円筒20の内壁に挿着するようにすることもできる。

【0022】さらに、図6、7及び8に示すごとく、円筒20の観察用覗き窓32を被覆しないように石英部材26を装着するために、円筒20の上部部分は円筒状の石英部材26cを用い下部部分には、図2及び3に図示した構成を同様に適用して、短尺の円筒状棒体28aに短尺の石英板26dを挿着するように構成することもできる。

【0023】この場合、図9に示すごとく、短尺の円筒状棒体28aには複数(図示の例では7個)の石英板挿入口34を形成し、この内例えば、3つの挿入口には不透明石英板26eを挿着し、4つの挿入口には透明の石英板26fを挿着して、例えば観察用覗き窓として3枚の透明石英板26fを利用し、イメージセンサー用の覗き窓として1枚の透明石英板26fを用いるような構成を採用することができる。

【0024】上述した構成により、その作用を説明する。まず石英ルツボ8に原料の多結晶シリコンを装填し、引上室4を排気し、保護ガスを導入口22より導入し、排出口24より排出して引上室内を保護ガス雰囲気置換する。ついで、黒鉛ヒータHに所定電流を流して原料を加熱し溶融体18とした後、引上軸16を下降し

5

その下端に保持した種結晶Sを一旦溶融体18に浸漬し、その支持軸10、引上軸16を回転しながら、種結晶Sを引き上げると、その下端に単結晶棒Gが成長する。この単結晶の成長過程において、本発明では、円筒20の内壁を断熱反射体、即ち石英材料26で被覆しているから、単結晶自体の冷却速度を遅くし、単結晶内部の積層欠陥(OSF)及び/又は微小欠陥を効果的に抑止することができるものである。

【0025】以下さらに、本発明装置を用いた実験例を挙げて説明する。

実験例1

前記した図6～図9に示した本発明装置を用い、6インチφ、P型<100>の単結晶インゴットを0.8mm/minで引き上げた。単結晶インゴット本体の中で最もOSFの発生頻度が高い肩の部分からサンプルを切断し、OSFテスト(1200℃wet O₂ - 100min、セコ・エッチング2min)を行い、OSF密度を測定した。テストは酸素濃度領域を変えて、それぞれ3回行いその結果を図10に示した。

【0026】比較実験例1

円筒の内壁を石英板で被覆しない点を除いて実験例1と同一構造の従来装置を用いて、実験例1と同様に単結晶インゴットを引上げて同様にOSFテストを行った。テストはそれぞれの酸素濃度領域において30回行いその結果を実験例1とともに図10に示した。

【0027】第10図の結果から、本発明装置を用いた場合には、従来装置に比べてOSFの発生が極めて抑制され、特に従来装置では1000個/cm²以上のOSFの発生頻度が100%を示す酸素濃度領域においても、本発明装置によればOSFの発生が良好に抑制されることが確認できた。

【0028】

【発明の効果】以上述べたごとく、本発明は、引上げ単

6

結晶棒を同軸に圍繞した円筒の内壁を断熱反射材料で被覆し、その中で育成中のシリコン単結晶を通過させることにより、単結晶内部の積層欠陥(OSF)及び/又は微小欠陥を抑止することができるという効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明装置の一実施例を示す縦断面概略説明図である。

【図2】本発明装置の円筒内壁の被覆部材による被覆の一例を示す縦断面概略説明図である。

10 【図3】図2の水平概略断面説明図である。

【図4】本発明装置の円筒内壁の被覆部材による被覆の他の例を示す概略縦断面説明図である。

【図5】図4の水平概略断面説明図である。

【図6】本発明装置の円筒内壁の被覆部材による被覆の別の例を示す概略縦断面説明図である。

【図7】図6の円筒の上部部分の水平概略断面説明図である。

【図8】図6の円筒の下部部分の水平概略断面説明図である。

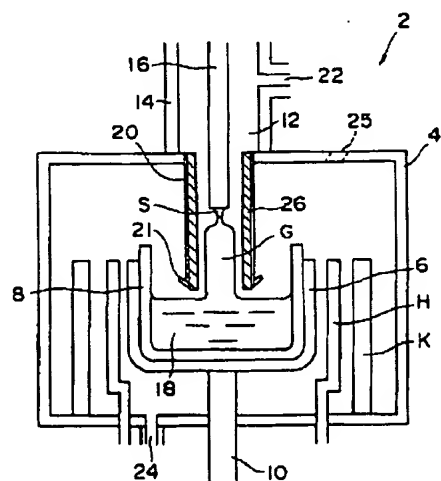
20 【図9】図6の円筒の一部を切り欠いて示した斜視図的説明図である。

【図10】実験例1と比較実験例1における酸素濃度とOSF密度との関係を示すグラフである。

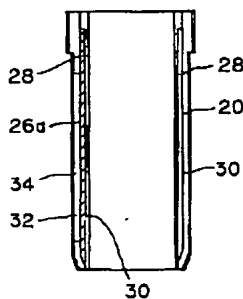
【符号の説明】

- 2 シリコン単結晶の製造装置
- 4 引上室
- 8 石英ルツボ
- 14 サブチャンバー
- 18 溶融体
- 20 円筒
- 25 観察用窓
- 26 被覆部材

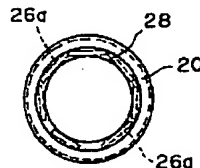
【図1】



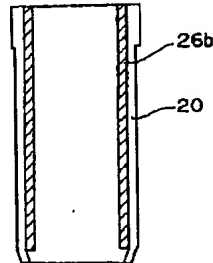
【図2】



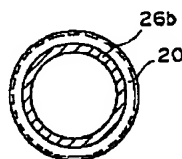
【図3】



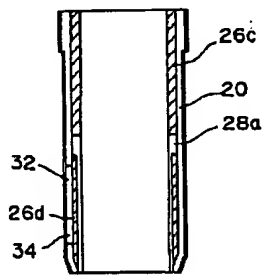
【図4】



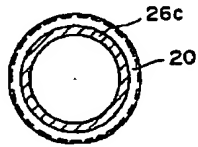
【図5】



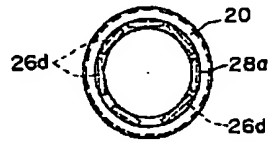
【図6】



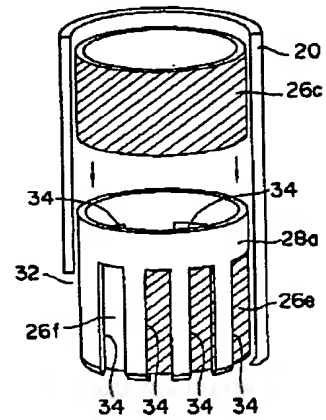
【図7】



【図8】



【図9】



【図10】

